

La datation directe des peintures préhistoriques par la méthode du carbone 14 en spectrométrie de masse par accélérateur

Hélène Valladas (L.S.C.E.)

La méthode du carbone 14

Depuis son développement à la fin des années 40, la méthode de datation par le carbone 14 permet d'enrichir nos connaissances sur *l'Homo Sapiens sapiens* au cours des derniers 40.000 ans en situant les sites archéologiques sur une échelle chronologique commune. Outil majeur des archéologues, elle contribue ainsi à modifier notre perception de l'évolution culturelle de nos ancêtres d'un continent à l'autre.

A la fin des années 70, cette méthode a connu une petite révolution avec le développement, aux États-Unis, de la spectrométrie de masse par accélérateur (SMA). Cette technique a pour intérêt de permettre la datation de très petits échantillons : un milligramme de carbone suffit pour la mesure, soit environ mille fois moins que la technique classique de datation par le carbone 14 (Delibrias, 1985). Alors que cette dernière est fondée sur la désintégration radioactive du carbone 14 et la mesure de sa radioactivité bêta, la SMA permet d'isoler, grâce à un accélérateur de particules couplé à des spectromètres de masse, un faisceau d'atomes de carbone 14 et de compter ces atomes individuellement dans une chambre d'ionisation. Comme avec la méthode classique, il faut ensuite calculer les rapports isotopiques ($^{14}\text{C}/^{12}\text{C}$, $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$) de l'échantillon étudié et les comparer à ceux obtenus sur un standard d'âge connu pour obtenir son âge.

Les laboratoires, dont celui des Sciences du Climat et de l'Environnement (LSCE, UMR 1572) à Gif-sur-Yvette, ont de ce fait envisagé la datation d'échantillons qui, en raison de leur petite taille, n'étaient pas datables par la méthode classique ou qui, trop précieux ou rares, ne pouvaient être détériorés de façon notable ; c'est le cas des dessins et peintures préhistoriques réalisés sur les parois des cavernes, dont l'étude chronologique reposait, au préalable, sur l'analyse stylistique ou sur la datation de vestiges trouvés à proximité des parois ornées et supposées contemporains des tracés. Le développement de la SMA, avec la possibilité de dater directement les pigments contenant de la matière organique, a donc donné une impulsion nouvelle aux études de l'art préhistorique. Jusqu'à présent, les datations réalisées sur le Tandétron (GDR Tandétron puis UMS 2004 ; Arnold *et al.*, 1987, figure 1) ont porté uniquement sur les tracés réalisés avec du charbon de bois (figure 2). Dans ce qui suit, les différents aspects du processus de datation sont passés en revue ainsi que les résultats obtenus au sein de l'équipe de datation C-14 du LSCE, en collaboration avec des préhistoriens du Ministère de la Culture et du CNRS, notamment pour la grotte Chauvet.

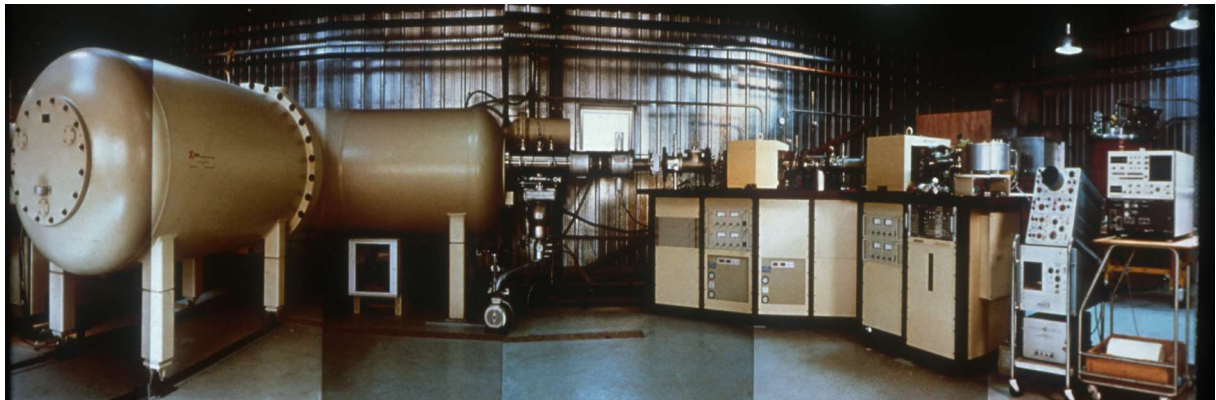


FIGURE 1 : Vue du Tandéron du campus de Gif-sur-Yvette
(Cliché du laboratoire des Sciences du Climat et de l'Environnement).

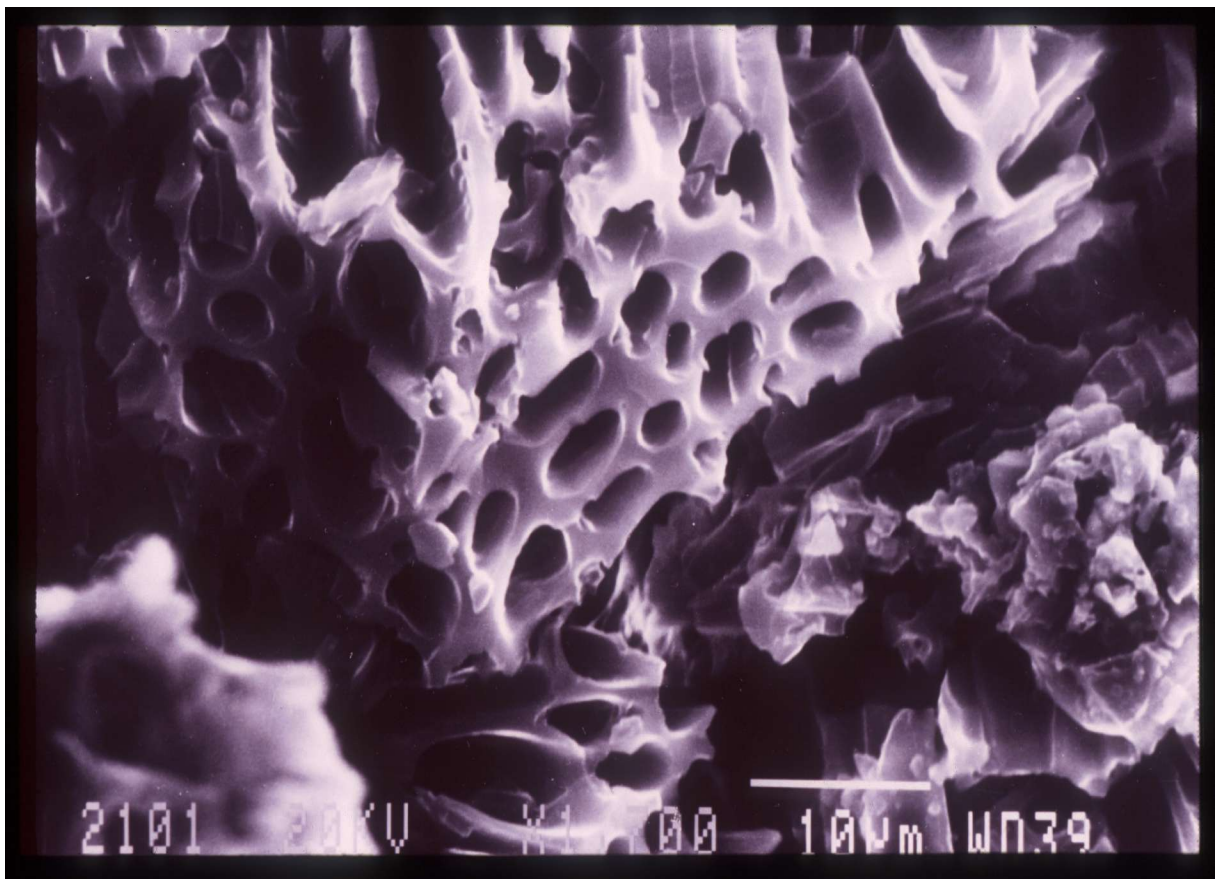


FIGURE 2 : Fragment de charbon de bois prélevé sur une peinture préhistorique examiné au microscope électronique à balayage (Cliché du laboratoire des Sciences du Climat et de l'Environnement).

Le prélèvement

En pratique, la datation commence lors du prélèvement des échantillons qui, dans la mesure du possible, est effectué en concertations entre les archéologues chargés de l'étude de la grotte et le laboratoire de carbone 14. Pour ne pas endommager les peintures de façon visible, le pigment charbonné (10 à 100 mg) est récolté, de préférence, dans des fissures de la paroi où il est le plus épais. Selon la quantité de matière disponible, le prélèvement réalisé à l'aide d'un scalpel, porte sur une zone plus ou moins étendue d'une même représentation (de quelques cm² à plusieurs secteurs de cette figure).

Les problèmes

La première question porte sur la relation entre l'âge du charbon de bois et celui de la peinture. Cette dernière est-elle contemporaine de la mort de l'arbre (*i.e.* le phénomène daté) qui a fourni le charbon ou l'artiste a-t-il utilisé des charbons ramassés au sol, provenant d'occupations antérieures ? L'homme préhistorique a-t-il récolté du charbon naturel fossile ou mélangé plusieurs fragments charbonnés d'origine variée. L'étude chronologique détaillée de l'occupation préhistorique et l'analyse des vestiges organiques présents dans la grotte apportent des éléments de réponse à ces questions. Enfin, on peut envisager la possibilité que certaines peintures aient subi des retouches au cours d'occupations préhistoriques successives. Seule, la multiplication des datations en plusieurs points d'une même figure est susceptible d'informer sur l'existence d'une telle pratique.

Ces questions mises à part, la principale difficulté rencontrée lors de la datation des peintures - comme de tout autre échantillon daté par le carbone 14- est de s'affranchir des contaminations par du carbone étranger. En effet, sur les parois, les peintures sont continuellement menacées par les agents extérieurs. Parmi les sources de contaminations les plus fréquentes, citons celles résultant des incursions de l'homme (dépôts de pollens ou de fibres textiles sur les parois humides des grottes...), ou d'animaux (insectes, chauve-souris...), la prolifération de micro-organismes variés, notamment en cas de visites fréquentes. La contamination peut aussi avoir une origine géologique : des carbonates de la paroi rocheuse ou des acides organiques transportées par les eaux d'infiltration peuvent être mélangés aux pigments,.....

Traitement des échantillons et source d'erreurs

La première étape consiste donc à traiter les échantillons chimiquement pour éliminer les contaminations qui fausseraient le résultat. Le traitement utilisé est classique : il comporte une succession d'attaques acide et basique pour dissoudre d'abord les carbonates issus de la paroi, puis les acides humiques provenant de la dégradation de la matière végétale du sol et, enfin, pour éliminer

les bactéries. (Valladas *et al.*, 1999). Les « charbons purifiés » subissent alors un traitement thermique sous courant d'oxygène pur à 300°C environ, pour achever l'élimination des dépôts organiques peu réfractaires et donc vraisemblablement récents (mais sans altérer les charbons de façon importante). Enfin, tous les échantillons sont oxydés en gaz carbonique puis réduits en graphite à partir duquel sont préparées les cibles destinées au Tandétron. La quantité de carbone obtenue après le traitement chimique et thermique des pigments varie entre 0,4 et 1 mg, selon les échantillons : la perte de masse s'élève donc souvent à plus de 90% de l'échantillon initial.

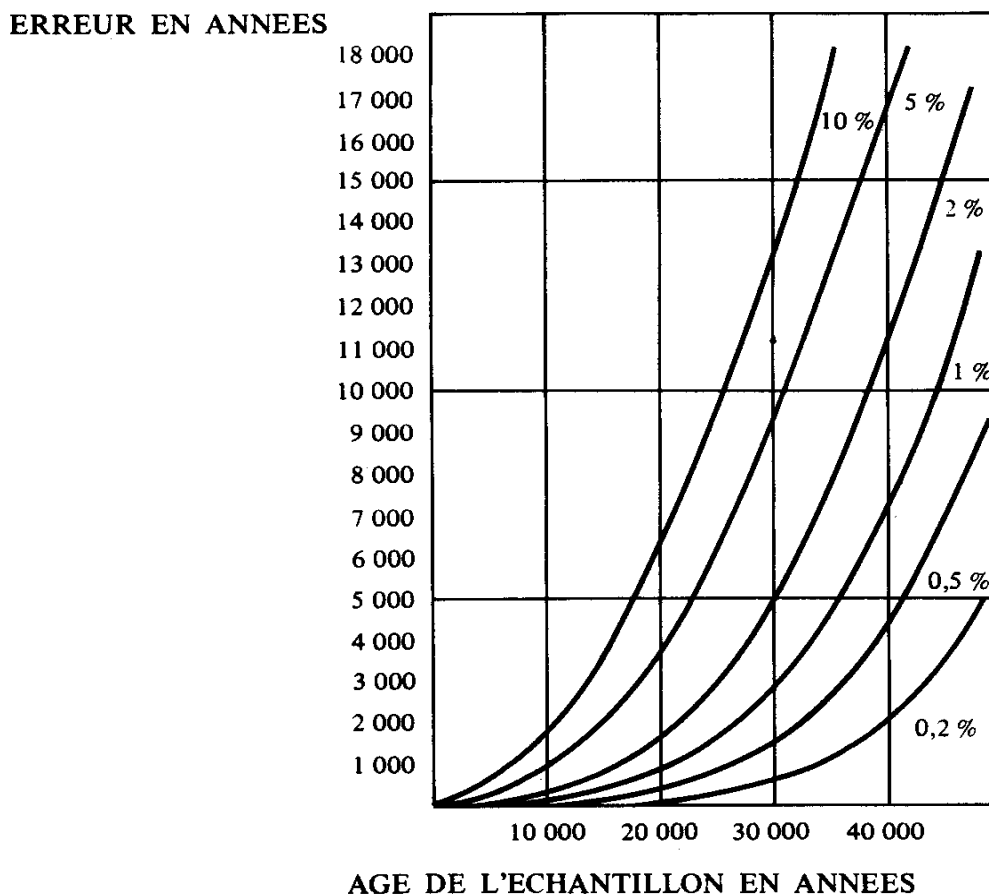


FIGURE 3 : Effet des contaminations en carbone récent sur l'âge des échantillons

L'expérience acquise montre que c'est la matière organique d'origine récente qui est la principale source d'erreur et non la contamination par du carbone ancien. En effet, le traitement chimique est très efficace pour éliminer tout apport de carbone ancien, notamment celui des carbonates de la paroi sur laquelle ont été tracés les dessins. Et, si un doute subsiste, la mesure des isotopes stables du carbone (^{13}C et ^{12}C), dont les rapports respectifs dans le calcaire et le bois sont très différents, permet de vérifier que l'on s'en est bien affranchi. De plus, à la différence des apports de carbone ancien, qui, pour un taux donné, induisent le même vieillissement quel que soit l'âge de l'échantillon, les contaminations en carbone récent se traduisent par un rajeunissement d'autant plus grand que leur proportion est importante et que l'échantillon est ancien : ainsi, un apport de 5% de

carbone fossile induit un vieillissement de 400 ans seulement quel que soit l'âge de l'échantillon, alors que le même taux de contamination en carbone récent se traduit par un rajeunissement de *c.a.* 3.400 et de 8.600 ans pour des échantillons vieux de 20.000 et 30.000 ans respectivement (figures 3 et 4 ; Delibrias, 1985).

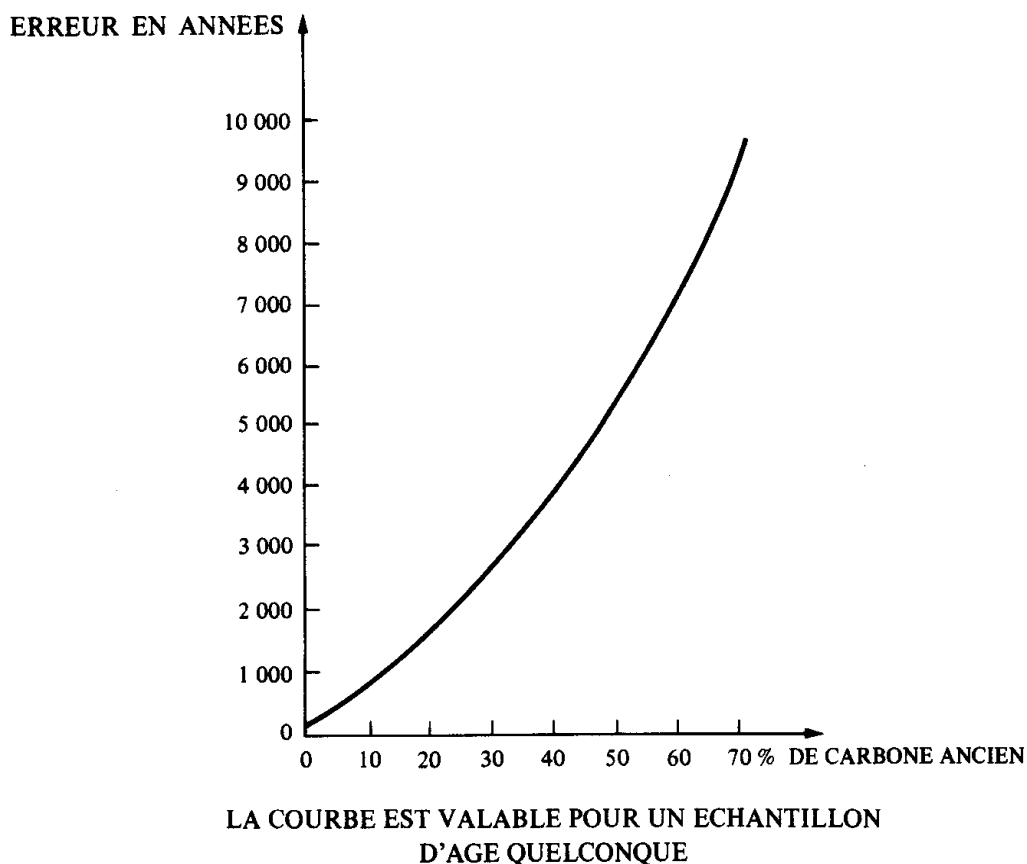


FIGURE 4 : Effet des contaminations en carbone ancien sur l'âge des échantillons (d'après Delibrias, 1985)

La chronologie de l'art pariétal à la lumière des datations carbone 14

Jusqu'à présent, les dessins ou peintures d'une vingtaine de grottes ornées de France et d'Espagne ont fait l'objet de datation directe. Pour la période magdalénienne (entre 11.000 et 17.000 ans BP ¹⁴C BP¹), les résultats du carbone 14 étaient généralement en accord avec la chronologie fondée sur les données stylistiques. Mais, dans le même temps, des âges compris entre 23.000 et 28.000 ans et donc antérieurs au Magdalénien étaient aussi obtenus sur des représentations des grottes de Cougnac, Pech-Merle (Lot) et Mayenne Science (Mayenne). Pour ces trois sites, il n'avait pas été

¹ Dans la suite de l'article, les datations ¹⁴C seront suivies de la mention ¹⁴C BP (before present ou avant le présent). En effet, ces datations ne correspondent pas à l'âge calendaire et doivent être calibrées (Fontugne 2002)

possible de multiplier les datations de crainte d'altérer les tracés de façon visible. En revanche, des circonstances plus favorables ont été rencontrées dans la grotte Cosquer (Bouches-du-Rhône) où, du fait de l'abondance du pigment charbonné, une trentaine de datations ont été réalisées, en collaboration avec J. Clottes et J. Courtin, qui en ont initié l'étude. Située à une dizaine de kilomètres au sud-est de

Marseille, au Cap Morgiou, la grotte Cosquer s'ouvre au pied d'une falaise calcaire, à 37 mètres sous le niveau actuel de la mer. Plusieurs centaines de représentations (mains négatives, dessins et gravures représentant des animaux) ont été répertoriées sur ses parois auxquelles s'ajoutent de nombreuses gravures géométriques (Clottes et Courtin, 1994). Jusqu'à présent, les datations ont porté sur trois mains négatives, six figurations animales et deux signes géométriques (en étoile ou ovale) (Clottes *et al.*, 1992, 1997). Leurs résultats ont confirmé les observations de J. Clottes et J. Courtin, en montrant que la grotte avait été décorée au cours d'au moins deux grandes périodes, séparées par plusieurs millénaires. La première avec, notamment, les tracés de mains négatives (R7 et 19 ; figure 5), d'un bison et du signe ovale, se situe entre 27.000 et 28.000 ans ¹⁴C BP. Quant à la seconde, avec le signe en étoile et des représentations animales (bison, félin, cheval, cerf et mégacéros ; figure 6), elle se place il y a 19.000 ans ¹⁴C BP environ. Les dates obtenues sur des charbons trouvés à la surface du sol, correspondent à ces deux périodes mises en évidence à partir des peintures.

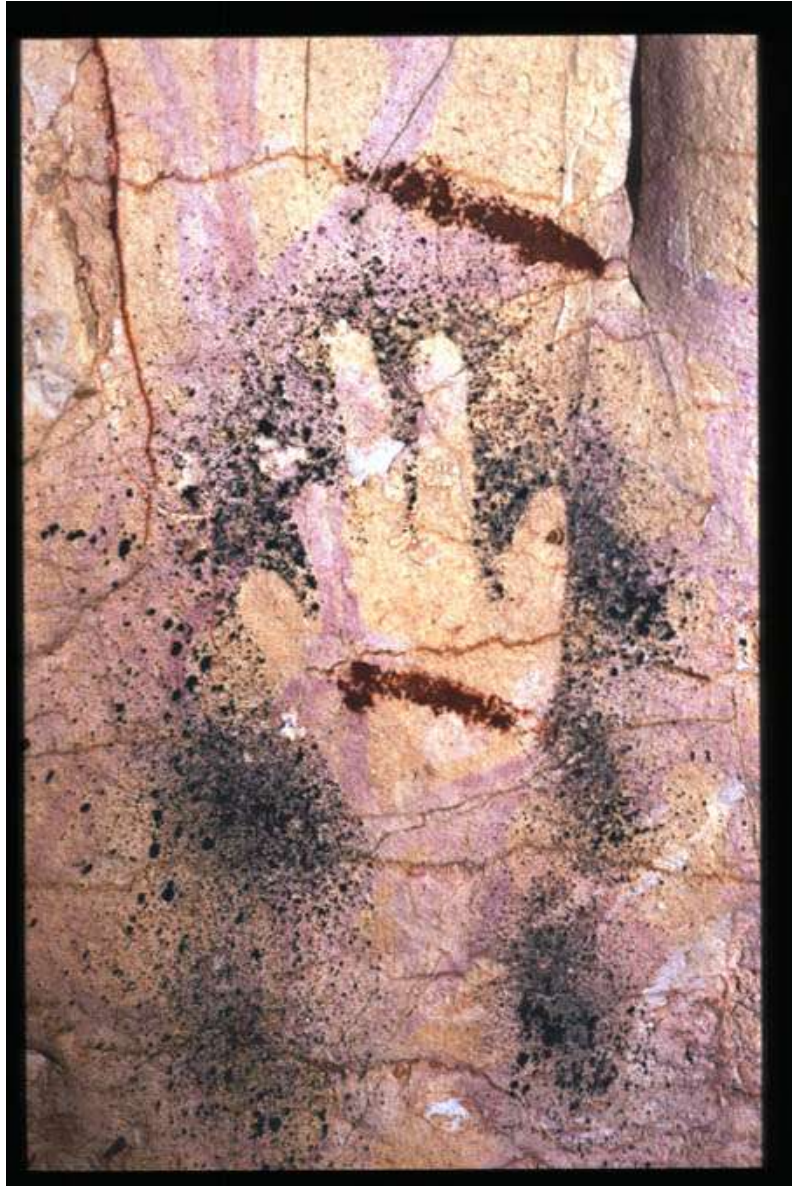


FIGURE 5 : Main négative de la grotte Cosquer (Bouche du Rhône). Cliché A. Chêne, Ministère de la Culture, centre Camille Jullian, CNRS. .



FIGURE 6 : Bison de la grotte Cosquer (Bouche du Rhône). Cliché A. Chêne, Ministère de la Culture, Centre Camille Jullian, CNRS.

Pendant un temps, les dates gravettiennes (de 23.000 à 28.000 ans) ont été les plus anciennes jamais obtenues sur des peintures paléolithiques, mais des datations directes réalisées en 1995, sur plusieurs dessins de la grotte Chauvet (Ardèche), ont démontré que l'art pariétal était apparu encore plus tôt, dès le début du Paléolithique supérieur.

La grotte Chauvet

La grotte Chauvet, découverte en décembre 94, s'ouvre au pied d'une falaise bordant les gorges de l'Ardèche et elle se développe en une succession de vastes salles sur *ca.* 500 m de longueur (figure 7 ; Clottes *et al.*, 1995, Clottes, 2001).

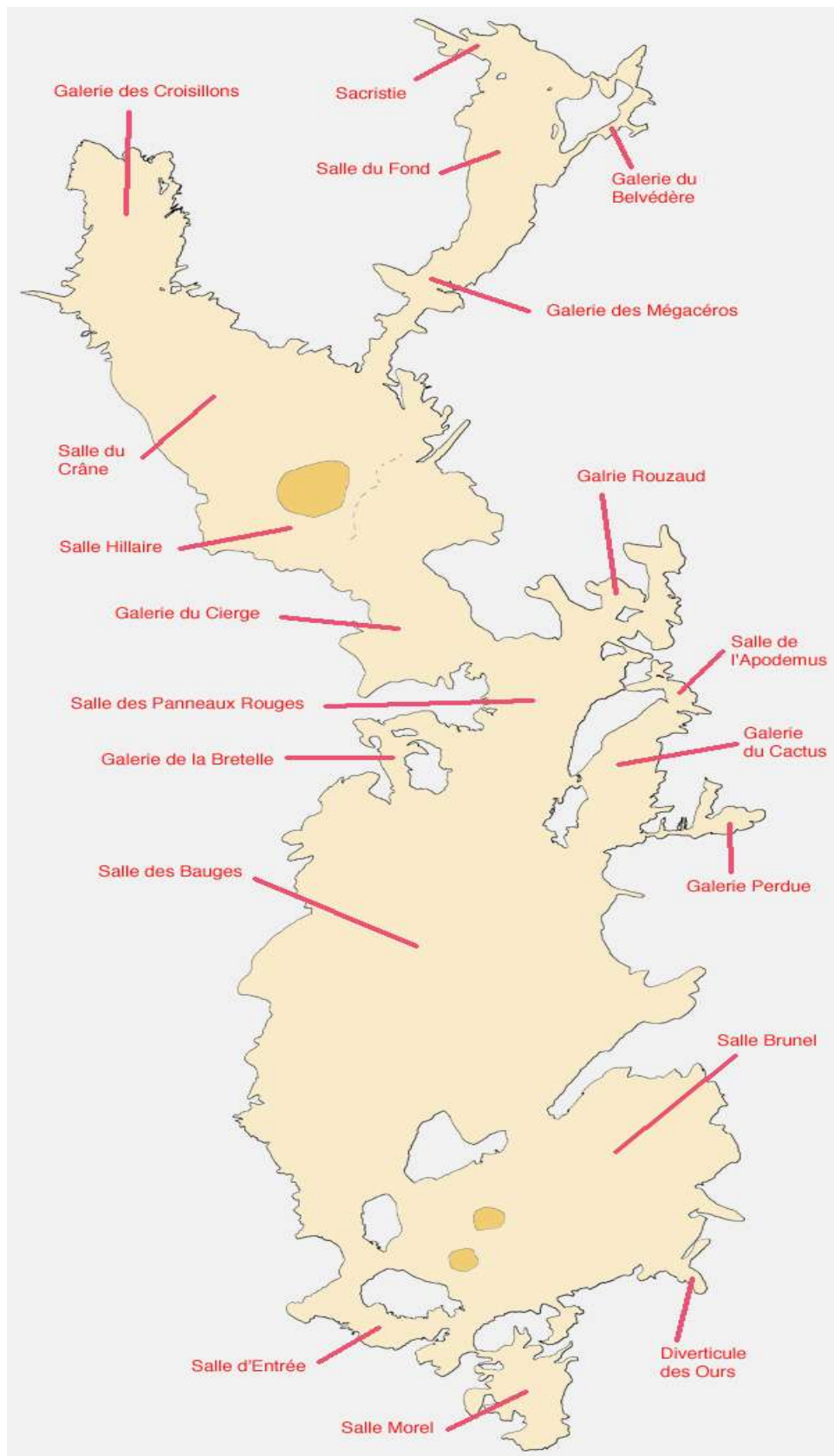


FIGURE 7 : Plan de la grotte Chauvet (base topographique : Y. Le Guillou, F. Maksud. En hommage à François Rouzaud)

Elle ne semble pas avoir servi d'habitat car les outils de silex et les restes de faune apportés par l'homme sont rares. En revanche, de très nombreux fragments de charbon de bois, issus probablement de torches et de feux d'éclairage ou destinés à la fabrication de pigments, sont présents sur le sol. Les figures animales, isolées ou rassemblées dans de grandes compositions, sont souvent représentées en mouvement ; elles se caractérisent par leur naturalisme et leur dynamisme et sont exceptionnelles à plus d'un titre :

1) la nature des animaux représentés : les plus abondants sont les rhinocéros, les lions et les mammoths, espèces relativement rares dans l'art paléolithique européen, puis viennent les chevaux et les bisons qui sont, par contraste, très abondants dans l'art magdalénien (17.000 – 11.000 ans ¹⁴C BP).

2) les techniques utilisées (rendu de la perspective, pratique de l'estompe et du détournement) sont très élaborées et peu fréquentes dans l'art paléolithique. Du fait de cette originalité, toute attribution chronologique des dessins de la grotte Chauvet fondée sur des critères stylistiques était délicate. Par chance, les tracés noirs ayant été tracés avec du charbon de bois, la datation carbone 14 en SMA allait permettre de préciser la période de leur réalisation.

Depuis 1995, une cinquantaine d'échantillons de charbon de la grotte Chauvet a ainsi été datée par la méthode du carbone 14, dans le cadre d'un programme d'études pluridisciplinaires animé d'abord par J. Clottes et, depuis 2001, par J. M. Geneste. Les fragments de charbon (*Pinus*) proviennent pour la plupart de la zone située en deçà de la salle des Bauges et se composent d'échantillons pariétaux prélevés sur cinq peintures (Salles Hillaire et du Fond, Galerie des mégacéros) et quatre mouchages de torche (Galeries du Cierge et des Croisillons, Salle Hillaire) et de trente-six fragments récoltés sur le sol à proximité de foyers. A l'exception de trois échantillons analysés au laboratoire de Radiocarbone de Lyon et au Research Laboratory for Archaeology and the History of Art d'Oxford, les autres l'ont été au Laboratoire des Sciences du Climat et de l'Environnement.

La majorité des dates obtenues se situent dans deux grandes périodes séparées par quelques millénaires (Valladas *et al.*, 2004 ; figure 8).

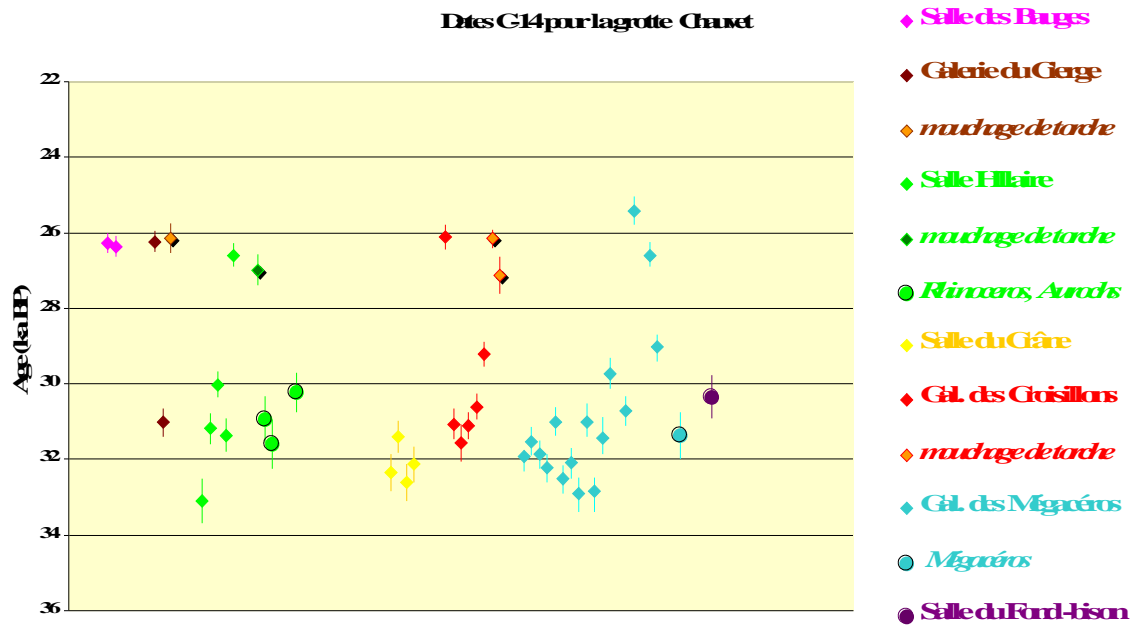


FIGURE 8. Résultats des datations carbone 14 réalisées dans la grotte Chauvet

- La plus ancienne avec 33 échantillons, est datée de 33 000 à 29 000 ans ¹⁴C BP ; elle comporte cinq des représentations picturales étudiées: les deux rhinocéros affrontés (figure 9) et l'aurochs courant du Panneau des Chevaux, le cerf mégacéros (Galerie des Mégacéros) et le grand bison de la Salle du Fond (Figure 10). C'est aussi à cette période ancienne que se rattache la majorité des échantillons récoltés sur le sol des Salles Hillaire, du Crâne et dans les zones de foyers de la Galerie des Mégacéros.



FIGURE 9. Grotte Chauvet : rhinocéros affrontés. (cliché J. Clottes, Ministère de la Culture)



FIGURE 10. Grotte Chauvet : grand bison de la salle du fond .
(cliché J. Clottes, Ministère de la Culture)

- Quant à la seconde période d'occupation, attestée par treize échantillons seulement, elle se situe dans l'intervalle 27 000 - 24 500 ans ¹⁴C BP, au cours du Gravettien. Actuellement, aucune peinture s'y rattache de façon certaine. En plus de neuf échantillons récoltés dans ou à proximité des foyers (Salles des Bauges, Hillaire et du Fond ; Galeries du Cierge, des Croisillons et des Mégacéros), elle comprend les quatre mouchages de torche étudiés, notamment celui de la Salle Hillaire (VPA-4) qui était tracé sur un voile de calcite déposé sur une des peintures du Panneau des Chevaux. La datation de ce mouchage confirme donc l'ancienneté des représentations picturales sous-jacentes. Enfin, il est intéressant de noter que l'on trouve des vestiges attribuables aux deux périodes dans la plupart des salles étudiées en deçà de la Galerie du Cierge dont les deux charbons datés à ce jour sont gravettiens: les mêmes secteurs de la grotte ont donc été fréquentés à quelques milliers d'années d'écart par les hommes préhistoriques ; les Gravettiens y ont laissé moins de vestiges, en

raison peut être de leurs passages moins nombreux mais ils ont eu l'occasion d'observer les peintures réalisées par leur ancêtres aurignaciens.

L'ensemble des datations faites à Chauvet, se caractérise par sa cohérence. Ce fait s'explique, en partie, par l'état de conservation exceptionnelle des charbons de bois : la grotte a été obstruée pendant la période paléolithique et, depuis sa redécouverte en 1994, toutes les précautions ont été prises pour éviter les pollutions, c'est donc un site particulièrement favorable à la datation. Néanmoins, l'ancienneté des peintures, même si elle est acceptée par la majorité des chercheurs, est remise en cause par certains qui rejettent l'idée que des oeuvres aussi évoluées aient pu être réalisées au tout début du Paléolithique supérieur et qui proposent, en se fondant sur des données stylistiques, de les rattacher à la période magdalénienne (entre *ca.* 17.000 et 11.000 ans, ¹⁴C BP). Cette interprétation impliquerait donc que les datations C-14 surestiment de plus de 10.000 ans l'âge réel des peintures, ce qui est irréaliste : en effet, le traitement chimique est très efficace pour éliminer tout apport de carbone ancien, notamment celui des carbonates de la paroi sur laquelle ont été tracés les dessins. Cette hypothèse d'une occupation magdalénienne est d'ailleurs autant plus difficile à défendre qu'il n'existe, actuellement, aucune datation se rattachant à cette période : si l'homme était présent dans la grotte à cette époque, il ne semble pas y avoir abandonné de vestiges, ce qui est surprenant compte-tenu de la richesse de la décoration picturale ! Pour conclure, il n'y a donc aucune donnée pertinente attestant d'une occupation humaine postérieure à 20.000 ans BP. Au contraire, tous les résultats disponibles convergent en faveur d'occupations gravettiennes et aurignaciennes uniquement.

Conclusion

Les résultats obtenus sur les représentations gravettiennes de Pech-Merle, Cougnac et Cosquer notamment puis sur celles aurignaciennes de Chauvet contribuent à modifier nos conceptions sur l'origine et l'évolution de l'art paléolithique, en montrant que, dès le début du peuplement de l'Europe de l'ouest par l'homme moderne, de grands artistes maîtrisaient parfaitement les techniques picturales. Ces résultats suggèrent donc que l'art pariétal n'a pas évolué – comme on l'a longtemps supposé - de façon linéaire du plus rudimentaire à l'élaboré.

Note

Les datations carbone 14 présentées dans cet article ont été obtenues en collaboration avec H. Cachier, E. Kaltnecker, M. Paterne, N. Tisnérat-Laborde du LSCE, M. Arnold de l'UMS 2004 puis 2572, J. Clottes et J. M. Geneste du Ministère de la Culture et de J. Courtin du CNRS.

Références :

- Arnold M., Bard E., Maurice P., Duplessy JC. (1987) - ^{14}C dating with the Gif-sur-Yvette Tandemtron accelerator: status report, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*, B29, 1987, 120-123.
- Clottes, J., Courtin, J., Valladas, H., Cachier, H., Mercier, N., Arnold, M., (1992) - La grotte Cosquer datée, *Bull. Soc. Préhistorique Française*, 89, 8, 230-234.
- Clottes, J., Courtin, J., (1994), La grotte Cosquer, Paris : Seuil.
- Clottes, J., Courtin, J., Collina-Girard, J., Arnold, M., Valladas, H., (1997) News from Cosquer Cave; climatic studies, recording, sampling, dates, *Antiquity*, 71, 272, 1997, pp. 321- 326.
- Clottes J., Chauvet J. M., Brunel-Deschamps E., Hillaire C., Dugas J. P., Arnold M., Cachier H., Evin J., Fortin P., Oberlin C., Tisnerat N., Valladas H. (1995) - Les peintures paléolithiques de la grotte Chauvet-Pont d'Arc, à Vallon- Pont-d'Arc (Ardèche, France): datations directes et indirectes par la méthode du radiocarbone, *C. R. Acad. Sc. Paris*, 320, IIa, 1133 - 1140.
- J. Clottes (Ed.) , (2001), La grotte Chauvet . L'art des origines. Paris : Seuil.
- Delibrias G. (1985) - Le carbone 14, in E. Roth et B. Poty. (dir) : Méthodes de datation par les phénomènes nucléaires naturels : application, Masson, Collection CEA, 421 – 458.
- Fontugne M. (2002) - La dérive des âges carbone 14 ? *La Géologie de la Préhistoire*, Edition Géopré, 1199 – 2007.
- Valladas H., Tisnerat- Laborde N., Cachier H., Arnold M. (1999) - Datation directe des peintures préhistoriques par la méthode du carbone 14 en spectrométrie de masse par accélérateur, Supplément 1999 de la *Revue d'Archéométrie*, 39 – 44.
- H. Valladas , J., Clottes, J. M Geneste, (2004), Chauvet est la grotte ornée la mieux datée du monde, *Pour la Science*, 82-87.